

AQUEOUS LAPPING LIQUID AND AQUEOUS LAPPING AGENT

Patent number: JP2002114970
Publication date: 2002-04-16
Inventor: KAWAMATA TAIGA; KOMIYA KAORU
Applicant: ASahi DENKA KOGYO KK
Classification:
- International: C09K3/14; B24B37/00; B24B57/02; C08K3/00;
C08K5/00; C10N30/12; C10N40/00; C10N40/22;
C08L71/00; C10M101/02; C10M129/16; C10M133/14;
C10M145/26; C10M149/14; C10M173/00; H01L21/304;
C10N20/04; C10N30/04
- european:
Application number: JP20000304999 20001004
Priority number(s): JP20000304999 20001004

Report a data error here

Abstract of JP2002114970

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a lapping agent giving no unfavorable effect on abrasive performance, having the same dispersion stability of abrasive grain with an alkylphenol added with ethylene oxides, and having almost no unfavorable effect on environment. **SOLUTION:** This aqueous lapping liquid contains as component (A) an abrasive grain dispersant represented by formula (1): $R1-O-(R2O)_n-H$ (wherein R1 is a saturated alcohol synthesized by the oxo method from propylene or an olefin derived from a butylene oligomer, or an alcohol residue obtained by dimerization of the alcohol, R2O an oxyalkylene group, and (n) is a number of greater than 1), as component (B) a lubricating base oil, and as component (C) water, and the aqueous lapping agent contains an abrasive grain in the lapping liquid.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-114970

(P2002-114970A)

(43) 公開日 平成14年4月16日 (2002.4.16)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	サーチコード(参考)	
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 Z	3 C 0 4 7
			5 5 0 C	3 C 0 5 8
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	H	4 H 1 0 4
57/02		57/02		4 J 0 0 2
C 0 8 K 3/00		C 0 8 K 3/00		

審査請求 未請求 請求項の数10 OL (全 12 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-304999(P2000-304999)

(22) 出願日 平成12年10月4日(2000.10.4)

(71) 出願人 00000387
旭電化工業株式会社
東京都荒川区東尾久7丁目2番35号

(72) 発明者 川俣 大雅
東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 旭電
化工業株式会社内

(72) 発明者 小宮 薫
東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 旭電
化工業株式会社内

(74) 代理人 100077698
弁理士 吉田 勝広 (外2名)

最終頁に続く

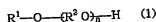
(54) 【発明の名称】 水系ラップ液及び水系ラップ剤

(57) 【要約】

【課題】 研磨性能に悪影響を与えず、砥粒の分散安定性がアルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物と

同等で、しかも環境に対する悪影響がほとんど無いラップ剤の提供。

【解決手段】 (A)成分として、下記の一般式(1)

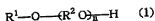


(式中、 R^1 はプロピレン又はブチレンのオリゴマーから誘導されたオレフィンから、オキシ法によって合成された飽和アルコール、又はこのアルコールを2置換して得られたアルコールの残基を、 R^2 はオキシアルキレン基を、 n は1以上の整数を表す。)

で表わされる砥粒分散剤；(B)成分として、潤滑性基及び該ラップ液に砥粒を含有させた水系ラップ剤、油；及び(C)成分として、水を含有する水系ラップ液、

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 (A) 成分として、下記の一般式 (1)



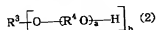
(式中、 R^1 はプロピレン又はブチレンのオリゴマーから誘導されたオレフィンから、オキシ法によって合成された飽和アルコール、又はこのアルコールを2量化して得られたアルコールの残基を表わし、 R^2O はオキシアルキレン基を表わし、 n は1以上の数を表わす。)

で表わされる砥粒分散剤；(B)成分として、潤滑性基油；及び(C)成分として、水を含有することを特徴とする水系ラップ液。

【請求項 2】 (B)成分である潤滑性基油が、パラフ

イン系又はナフテン系の鉱油である請求項1に記載の水系ラップ液。

【請求項 3】 (B)成分である潤滑性基油が、一般式 (2)



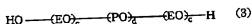
(式中、 R^3 は2個以上のポリオールから水酸基を除いた残基を表わし、 R^4O はオキシアルキレン基を表わし、 a は2以上の数を表わし、 b はポリオールの水酸基の数と同数を表わす2以上の数である。)

で表わされるポリエーテル化合物である請求項1に記載の水系ラップ液。

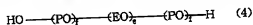
【請求項 4】 一般式 (2) で表わされるポリエーテル化合物の数平均分子量が、500～50,000である

請求項3に記載の水系ラップ液。

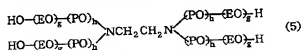
【請求項 5】 (B)成分である潤滑性基油が、下記の一般式 (3)～(6)



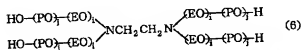
(式中、EOはオキシエチレン基を表わし、POはオキシプロピレン基を表わし、 c は1以上の数を表わし、 d は1以上の数を表わす。)



(式中、EO及びPOは一般式 (3) の場合と同義であり、 e は1以上の数を表わし、 f は1以上の数を表わす。)



(式中、EO及びPOは一般式 (3) の場合と同義であり、 g は1以上の数を表わし、 h は1以上の数を表わす。)



(式中、EO及びPOは一般式 (3) の場合と同義であり、 i は1以上の数を表わし、 j は1以上の数を表わす。)

で表わされるポリエーテル化合物の、何れか1種又は2種以上の混合物である請求項1に記載の水系ラップ液。

【請求項 6】 更に、(D)成分として防錆剤を含有する請求項1乃至5の何れか1項に記載の水系ラップ液。

【請求項 7】 請求項1乃至6の何れか1項に記載の水系ラップ液又はその希釈液に、更に砥粒を含有することを特徴とする水系ラップ剤。

【請求項 8】 切断加工用である請求項1乃至7の何れか1項に記載の水系ラップ液又は水系ラップ剤。

【請求項 9】 研磨加工用である請求項1乃至7の何れか1項に記載の水系ラップ液又は水系ラップ剤。

【請求項 10】 半導体研磨加工用である請求項1乃至7の何れか1項に記載の水系ラップ液又は水系ラップ剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、分散された砥粒を利用して、半導体、セラミックス、水晶、ガラス、超硬

工具等の脆性材料を切断加工又は研磨加工するために用いられる水系ラップ液又は水系ラップ剤に関する。

【0002】

【従来の技術】被加工物と工具の間に、砥粒を分散させたスラリー状の加工液を入れ、両者に圧力を加えながら相対運動をさせることにより、被加工物の切断や研磨を行なう加工方法がある。このような方法は、主として、剪断変形では加工できない脆性材料、例えば、半導体、水晶、ガラス、超硬工具等の加工に用いられている。こうした加工で用いられる砥粒を分散させた加工液を、ラップ剤と呼ぶ。

【0003】砥粒は、予め液に分散された形態で使用者者に供給されることもあるが、輸送及び貯蔵場所等の問題から、使用者者が作業現場において、濃厚な加工液を必要に応じて水等で希釈した後、砥粒を分散させて用いられることが多い。この、砥粒を分散させる前の濃厚な加工液は、ラップ液と呼ばれている。尚、ラップ剤を用いた研磨加工をラッピングと言うが、砥粒がコロイダルシリカ等の微粒子であるラップ剤を用いた精密研磨加工を、特にポリッシングと呼ぶ場合がある。

【0004】ラップ剤は通常、水、鉱油、合成油、油脂等の液体に微細粉末状の砥粒を分散させたものであるが、加工精度を維持するには、砥粒をラップ剤中に長時間安定に分散させることが必要である。砥粒の分散が不安定であると、砥粒の沈降、不均一分散が生じ、加工能率及び加工精度が著しく低下する。

【0005】このため、特開昭53-67191号公報では、鉱油に、油脂又はグリース等を添加したラップ剤が提案されている。しかし、鉱油を使用したラップ剤は水に不溶なため、加工後に被加工物を有機溶剤等で洗浄した後、更に界面活性剤を使用し水洗することが不可欠となり、工程が長くなるという問題がある。これに対し、砥粒分散性及び洗浄性を改良するため、特開昭56

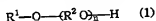
145968号公報では、アルキルフェノールのエチレンオキシド付加物を添加したラップ剤が、特開平9-314459号公報では、鉱油に脂肪酸エステル系界面活性剤及びアルキルフェノールのエチレンオキシド付加物を添加したラップ剤が提案されている。

【0006】しかしながら、アルキルフェノールのエチレンオキシド付加物は、砥粒分散性、研磨剤の洗浄性に優れた効果を示すが、難生分解性であるため、環境中へ放出された場合に長期間分解を受けず、環境を汚染するおそれがあった。また、近年ではノニルフェノールが生物に対して擬似ホルモン作用を発現し、生物の内分泌系を攪乱する作用があるのではないかと、いわゆるエンドクリン問題の懸念もあり、アルキルフェノールのエチレンオキシド付加物についても代替品が模索されていた。

【0007】アルキルフェノールのエチレンオキシド付加物を使用しないラップ剤としては、特開平3-181598号公報でポリアルキレングリコール誘導体又は高分子多糖類を増粘剤としたラップ剤が、特開平9-36074号公報でプルロニック型又はPO/EOラテンダム重合型のポリエーテル系界面活性剤を砥粒分散剤としたラップ剤が提案されているが、アルキルフェノールのエチレンオキシド付加物を添加したものに比べて砥粒の分散が不安定であった。

【0008】

【課題を解決するための手段】そこで本発明者らは鋭意検討し、ラップ剤に特定の構造を有する砥粒分散剤を添加することで、研磨性能に悪影響を与えず、砥粒の分散安定性がアルキルフェノールのエチレンオキシド付加物と同等で、しかも環境に対する悪影響がほとんどないラップ剤が得られることを見出し本発明を完成させた。即ち、本発明は、(A)成分として、下記の一般式(1)



(式中、 R^1 はプロピレン又はブチレンのオリゴマーから誘導されたオレフィンから、オキシ法によって合成された飽和アルコール、又はこのアルコールを2量化して得られたアルコールの残基を表わし、 R^2O はオキシアルキレン基を表わし、 n は1以上の数を表わす。)

で表わされる砥粒分散剤；(B)成分として、潤滑性基油；及び(C)成分として、水を含有することを特徴とする水系ラップ液、及び該ラップ液に砥粒を含有させた水系ラップ剤である。

【0009】

【発明の実施の形態】まず、本発明の(A)成分について説明する。本発明の(A)成分は、前記一般式(1)で表わされる砥粒分散剤である。一般式(1)において、 R^1 は、プロピレン又はブチレンのオリゴマーから誘導されたオレフィンから、オキシ法によって合成された飽和アルコール、又はこのアルコールを2量化して得

られたアルコールの残基を表わす。プロピレン又はブチレンのオリゴマーとしては、プロピレン又はブチレンの2～5量体程度の重合体が挙げられる。例えば、プロピレンジマー(炭素数6)、プロピレントリマー(炭素数9)、プロピレンテトラマー(炭素数12)、プロピレンペンタマー(炭素数15)、ブチレンジマー(炭素数8)、ブチレントリマー(炭素数12)、ブチレンテトラマー(炭素数16)等が挙げられる。尚、これらは分枝を持ったオレフィンの構造異性体の混合物である。 R^1 は、これらのオレフィンからオキシ法によって合成された飽和アルコールの残基である。

【0010】オキソ法とは、オレフィンに酸化炭素を反応させてアルデヒドとした後、水素で還元してアルコールを得る合成方法であり、従って、得られるアルコールの炭素数はオレフィンの炭素数よりも1つ多くなる。合成された飽和アルコールのうち、主成分は1級アルコールである。従って、合成された飽和アルコールのうち主成分は、アルキル基の種々の位置に多数の分枝を持った飽和1級アルコールの混合物である。こうしたアルコールとしては、例えば、イソヘプタノール（プロピレンダイマーを原料とする。）、イソノナノール（ブチレンダイマーを原料とする。）、イソデカノール（プロピレントリマーを原料とする。）、イントリデカノール（プロピレントトラマー又はブチレントリマーを原料とする。）、イソヘキサデカノール（プロピレンペンタマーを原料とする。）、イソヘプタデカノール（ブチレントトラマーを原料とする。）等が挙げられる。

【0011】また、 R^1 は、プロピレン又はブチレンのオリゴマーから誘導されたオレフィンから、オキソ法によって合成された飽和アルコールから、オキソ法によっても得られたアルコールの残基でもよい。2量化の方法としては、Guerbet反応が一般的に用いられている。Guerbet反応は、金属ナトリウムが存在下で1級アルコールを2分子縮合し、8分枝の1級アルコールを得る反応である。また、オキソ法の中間体であるアルデヒドをアルドール反応により2量化してから水素で還元してアルコールとする方法でもよい。こうしたアルコールとしては、例えば、イソミリスチルアルコール（イソヘプタノールの2量体）、イソステアリアルアルコール（イソノナノールの2量体）等が挙げられる。

【0012】これらのアルコールは、多数の分枝があることに特徴があり、公知の分析方法、例えば、 ^1H-NMR 、 $^{13}C-NMR$ 、種々のクロマトグラフィー等を用いることにより判別することができる。このような R^1 の炭素数としては、10〜18が好ましく、13〜14がより好ましいが、砥粒分散性が優れた13が最も好ましい。

【0013】また、一般式(1)において、 R^2O はオキシアルキレン基を表す。オキシアルキレン基としては、炭素数2〜4のオキシアルキレン基であることが好ましく、オキシエチレン基であることがより好ましい。一般式(1)の $(R^2O)_n$ の部分は、エチレンオキサ이드、プロピレンオキサイド、ブチレンオキサイド、テトラヒドロフラン(1, 4-ブチレンオキサイド)、長鎖 α -オレフィンオキサイド、スチレンオキサイド等のアルキレンオキサイド等を付加重合することにより得ることができる。

【0014】アルキレンオキサイド等を付加することによって $(R^2O)_n$ の部分形成する場合は、付加させるアルキレンオキサイド等により R^2 が決定される。付加させるアルキレンオキサイド等の重合形態は特に限定さ

れず、1種類のアルキレンオキサイド等の単重合、2種類以上のアルキレンオキサイド等のランダム共重合、ブロック共重合又はランダム/ブロック共重合等であつてよい。

【0015】 R^2O が2種以上のオキシアルキレン基である場合は、1種はオキシエチレン基であることが好ましい。 $(R^2O)_n$ の部分は、好ましくはオキシエチレン基を50〜100モル%、より好ましくは60〜100モル%含有するポリオキシアルキレン鎖であるとしてもよい。重合度 n は1以上の数であり、好ましくは1〜200、より好ましくは1〜100、更に好ましくは2〜50である。一般式(1)で表わされる砥粒分散剤の1%曇点(1質量%水溶液を低温から高温へ加熱した時に、曇り始める温度。)は、20℃以上が好ましく、30℃以上がより好ましい。

【0016】本発明の(A)成分である一般式(1)で表わされる砥粒分散剤は、従来のノニルフェノール系の砥粒分散剤と比較して生分解性に優れているため、環境中に長期間残存することが少ない。また、ノニルフェニル基を持たないため、ノニルフェノールに由来する、いわゆるエンドクリン問題への懸念が解消される。従って、本発明のラップ剤が環境中に排出されたとしても、環境への悪影響は極めて少ない。また、本発明の砥粒分散剤は、上記のようにそのアルキレン鎖の部分が多数の分枝を有する構造のため、従来の直鎖型又は単純な分枝鎖のアルコール又はその誘導体を砥粒分散剤として用いた場合よりも砥粒の分散が安定しており、砥粒分散性についてはノニルフェノール系の砥粒分散剤と同等かそれ以上である。

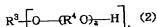
【0017】また、アルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物は、ラップ剤に水に不溶な成分を加える場合、こうした不溶成分の水に対する、乳化剤、分散剤、乃至は可溶化剤等としての効果もあったが、一般式

(1)で表わされる砥粒分散剤は、こうした効果においても、ノニルフェノール系の砥粒分散剤と同等かそれ以上である。

【0018】次に、本発明の(B)成分である潤滑性基油について説明する。本発明の(B)成分である潤滑性基油としては、公知の潤滑性基油を使用することができる。こうした潤滑性基油としては、例えば、鉱油、合成油、油脂等が挙げられる。ここで、鉱油とは、天然の原油から分離、蒸留、精製されるものをいい、パラフィン系、ナフテン系、或いはこれらを水素化処理、溶剤精製したものが挙げられる。これらのなかには、いわゆるスピンドル油、マシン油、タービン油、シリンダー油と称されている鉱油が含まれる。

【0019】また、合成油とは、化学的に合成された潤滑油であつて、例えば、ポリ α -オレフィン、ポリソブチレン(ポリブテン)、ジカルボン酸エステル、ポリオールエステル、リン酸エステル、ケイ酸エステル、

ポリアルキレングリコール、ポリフェニルエーテル、シリコーン、フッ素化合物、アルキルベンゼン、アルキルナフタレン等が挙げられる。また、油脂とは、例えば、牛脂、豚脂、ナタネ油、ヤシ油、パーム油、ヌカ油、大豆油或いはこれらの水素添加物等が挙げられる。なかでも好ましいのは、パラフィン系若しくはナフテン系の鉱油、又は下記一般式(2)



で表わされるポリエーテル化合物である。

【0020】パラフィン系又はナフテン系の鉱油としては、40℃での動粘度が、好ましくは0.5~100mm²/s、より好ましくは1~60mm²/sのものがよい。鉱油の40℃での動粘度が0.5mm²/s以下の場合は、加工能率や被加工物の表面粗さが悪化することがあり、100mm²/sを超える場合は、加工後の被加工物の洗浄性が悪化することがあるためである。

【0021】また、前記一般式(2)で表わされるポリエーテル化合物にいた残基を表わす。こうしたポリオールから水酸基を除いた残基を表わす。こうしたポリオールとしては、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,2-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、ネオペンチルグリコール、イソプレングリコール(3-メチル-1,3-ブタンジオール)、1,2-ヘキサジオール、1,6-ヘキサジオール、3-メチル-1,5-ペンタンジオール、1,2-オクタジオール、オクタジオール(2-エチル-1,3-ヘキサジオール)、2-ブチル-2-エチル-1,3-プロパジオール、1,2-デカジオール、1,2-ドデカジオール、1,2-テトラデカジオール、1,2-ヘキサデカジオール、1,2-オクタデカジオール、1,2-シクロヘキサジオール、1,4-シクロヘキサジオール、1,4-シクロヘキサジメタノール、水素化ビスフェノールA、ソルバイド、メチルジエタノールアミン等の2個アルコール；グリセリン、1,2,3-ブタントリオール、1,2,4-ブタントリオール、2-メチル-1,2,3-ブタントリオール、1,2,3-プロパントリオール、1,2,3-ペンタントリオール、1,2,4-ペンタントリオール、1,3,5-ペンタントリオール、2,3,4-ペンタントリオール、2-メチル-2,3,4-ペンタントリオール、トリメチロールエタン、2,3,4-ヘキサントリオール、2-エチル-1,2,3-ブタントリオール、トリメチロールプロパン、2-プロピル-3,4,5-ヘキサントリオール、ペンタメチルグリセリン(2,4-ジメチル-2,3,4-ペンタントリオール)、トリエタノールアミン、トリスプロパノールアミン等の3個アルコール；ペンタエリスリトール、1,2,3,4-ペンタテトロール、2,3,4,5-ヘ

キサントロール、1,2,4,5-ペンタテトロール、1,3,4,5-ヘキサントロール、ジグリセリン、ジトリメチロールプロパン、ソルビタン、N,N,N',N'-テトラキス(2-ヒドロキシエチル)エチレンジアミン、N,N,N',N'-テトラキス(2-ヒドロキシプロピル)エチレンジアミン等の4個アルコール；アドニトール、アラビトール、キシトール、トリグリセリン等の5個アルコール；ジペンタエリスリトール、ソルビトール、マンニトール、イジトール、イノシトール、ダルシトール、タロース、アロース等の6個アルコール；蔗糖等の8個アルコール等が挙げられる。bは、これらのポリオールの水酸基の数と同数を表わす2以上の数である。こうしたポリオールとしては、炭素数2~20のポリオールが好ましく、更に炭素数2~14の2~4個のポリオールが好ましい。

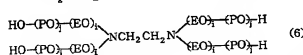
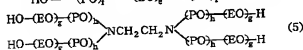
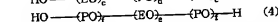
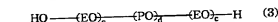
【0022】また、一般式(2)において、R⁴Oはオキシアルキレン基を表わす。オキシアルキレン基としては、炭素数2~4のオキシアルキレン基であることが好ましい。一般式(2)の(R⁴O)_nの部分には、エチレンオキサイド、プロピレンオキサイド、ブチレンオキサイド、テトラヒドロフラン(1,4-ブチレンオキサイド)、長鎖α-オレフィンオキサイド、スチレンオキサイド等のアルキレンオキサイド等付加重合することにより得ることができる。付加させるアルキレンオキサイド等の重合形態は特に限定されず、1種類のアルキレンオキサイド等の単重合、2種類以上のアルキレンオキサイド等のランダム共重合、ブロック共重合又はランダム/ブロック共重合等であつてよいが、ブロック共重合の方が、被加工物の加工精度が向上するので好ましい。R⁴Oが2種以上のオキシアルキレン基である場合は、1種はオキシエチレン基であることが好ましく、オキシエチレン基とオキシプロピレン基であることが更に好ましい。

【0023】(R⁴O)_nの部分に含まれるオキシエチレン基の量の好ましい範囲は、(R⁴O)_nの部分の重合形態により異なる。即ち、(R⁴O)_nの部分で2種以上のオキシアルキレン基のランダム共重合である場合には、(R⁴O)_nの部分に含まれるオキシエチレン基の量は、好ましくは5~95モル%、より好ましくは20~80モル%である。また、(R⁴O)_nの部分で2種以上のオキシアルキレン基のブロック共重合である場合は、(R⁴O)_nの部分に含まれるオキシエチレン基の量は、好ましくは5~70モル%、より好ましくは10~50モル%である。(R⁴O)_nの部分で2種以上のオキシエチレン基の含有量が70モル%以上である場合は、溶立ちが大きく作業性が低下することがあるためである。

【0024】また、重合度aは2以上の数であり、一般式(2)で表わされるポリエーテル化合物の数平均分子量が、好ましくは500~50,000、より好ましく

は700~20,000以上、更に好ましくは800~10,000となる数であることが好ましい。分子量が500に満たない場合は、被加工物の加工精度が下がる場合があり、20,000を超える場合は、加工の際に周囲に飛び散って乾燥したラップ剤を洗浄しにくくなる場合がある。

【0025】このような、一般式(2)で表わされるポリエーテル化合物のなかでも、下記の一般式(3)~(6)で表わされるポリエーテル化合物が好ましい。



【0026】一般式(3)~(6)において、EOはオキシエチレン基を表わし、POはオキシプロピレン基を表わす。また、オキシエチレン基の重合度c、e、g及びi、又はオキシプロピレン基の重合度d、f、h及びjは、それぞれ1以上の数を表わす。

【0027】c~jは、一般式(1)で表わされるポリエーテル化合物の場合と同様に、一般式(3)~(6)で表わされるポリエーテル化合物の数平均分子量が、好ましくは500~500,000、より好ましくは700~200,000以上、更に好ましくは800~10,000となる数であることが好ましい。また、ポリオキシアルキレン鎖中のオキシエチレン基の含量は、一般式(3)又は一般式(5)で表わされるポリエーテル化合物については5~20モル%、一般式(4)又は一般式(6)で表わされるポリエーテル化合物については5~50モル%であることが好ましい。

【0028】本発明の水系ラップ液は、上記(A)成分及び(B)成分に加えて、(C)成分である水を含有する。本発明の水系ラップ液において、(A)成分の含量は、ラップ液全量に対して3~70質量%であることが好ましく、5~50質量%であることが更に好ましい。

(A)成分の含量が3質量%未満の場合は、砥粒の分散性及び分散安定性が低下することがあり、70質量%を超える場合は、(B)成分の相対的な含量が減り、加工精度が低下することがあるためである。

【0029】また、(B)成分の含量は10~50質量%であることが好ましく、15~40質量%であることが更に好ましい。(B)成分の含量が10質量%未満の場合は、加工精度が低下することがあるためである。また、(C)成分の含量は、10~80質量%であることが好ましく、15~50質量%であることが更に好ましい。

(C)成分の含量が10質量%未満の場合は、(A)成分と(B)成分が分離を起こすことがあり、8

0質量%を超える場合は、ラップ液という濃厚液の形態で供給する意義が薄れ、ラップ液の輸送、取り扱い、貯蔵場所等の問題が起こるためである。

【0030】本発明の水系ラップ液は、工具及び機械等の錆を防止するために、更に(D)成分として、防錆剤を含有することが好ましい。防錆剤としては、例えば、カルボン酸塩、スルホン酸塩、酸性リン酸エステル塩、ホスホン酸塩、無機酸塩、アルキルアミンのエチレンオキシサイド付加物、多価アルコール部分エステル、カルボン酸アミド等が挙げられる。

【0031】カルボン酸塩のカルボン酸としては、例えば、ヘキサン酸、オクタン酸、2-エチルヘキサン酸、ノナン酸、イソノナン酸、デカン酸、ラウリン酸、イソデカン酸、ドデカン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、イソステアリン酸、ウンデセン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキニン酸、ペヘニン酸、12-ヒドロキシステアリン酸、リシノール酸等の脂肪酸二塩基酸；マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカン二酸、ブラシル酸、アルケニルコハク酸等の脂肪酸二塩基酸；サリチル酸、アルキルサリチル酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、ヘミメリット酸、トリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸、ナフタレンカルボン酸等の芳香族カルボン酸；グアイマー酸、トリマー酸、ナフテン酸、9(又は10)-(4-ヒドロキシフェニル)オクタデカン酸等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤、油性剤又は防錆剤として作用するものもある。

【0032】スルホン酸塩のカルボン酸としては、例えば、石油スルホン酸、アルキルベンゼンスルホン酸、α-オレフィンスルホン酸、ナフタレンスルホン酸等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤として作用するものもある。

【0033】酸性リン酸エステル塩の酸性リン酸エステルとしては、例えば、オクタノール(のモノ又はジ)リン酸エステル、ラウリルアルコール(のモノ又はジ)リン酸エステル、オレイルアルコール(のモノ又はジ)リン酸エステル、ブチルアルコールエトキシレート(のモノ又はジ)リン酸エステル、オレイルアルコールエトキシレート(のモノ又はジ)リン酸エステル等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤として作用するものもある。

【0034】ホスホン酸塩のホスホン酸としては、例えば、アミノトリメチレンホスホン酸、1-ヒドロキシエチルジフェン-1,1-ジホスホン酸等が挙げられる。また、無機酸としては、例えば、(ポリ)リン酸、ケイ酸、ホウ酸等が挙げられる。

【0035】これらの酸と塩を形成する塩基成分としては、例えば、無機アルカリ、アミン等が挙げられる。無機アルカリとしては、例えば、水酸化カリウム、水酸化

ナトリウム、水酸化セシウム、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム等のアルカリ金属酸化物又はアルカリ金属炭酸塩；水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム、酸化カルシウム、酸化マグネシウム等のアルカリ土類金属酸化物又はアルカリ土類金属酸化物等が挙げられる。

【0036】アミンとしては、例えば、アンモニア；（モノ、ジ、又はトリ）メチルアミン、（モノ、ジ、又はトリ）エチルアミン、（モノ、ジ、又はトリ）プロピルアミン、（モノ、ジ、又はトリ）イソプロピルアミン、（モノ、ジ、又はトリ）ブチルアミン、（モノ、ジ、又はトリ）オクチルアミン、（モノ、ジ、又はトリ）2-エチルヘキシルアミン、（モノ、ジ、又はトリ）デシルアミン、（モノ又はジ）ドデシルアミン、（モノ又はジ）トリデシルアミン、（モノ又はジ）テトラデシルアミン、（モノ又はジ）ヘキサデシルアミン、（モノ又はジ）オクタデシルアミン、（モノ又はジ）オレイルアミン、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、ヘキサメチレンジアミン、ピペラジン、1-（2-アミノエチル）ピペラジン、N-メチルピペラジン、シクロヘキシルアミン、ベンジルアミン、モルホリン等の脂肪族アミン；（モノ、ジ、又はトリ）エタノールアミン、（モノ、ジ、又はトリ）イソプロパノールアミン、N-メチルジエタノールアミン、N,N-ジメチルエタノールアミン、N-エチルジエタノールアミン、N-ブチルジエタノールアミン、N-オクチルジエタノールアミン、N-（2-エチルヘキシル）ジエタノールアミン、N-デシルジエタノールアミン、N-ドデシルジエタノールアミン、N-トリデシルジエタノールアミン、N-テトラデシルジエタノールアミン、N-ヘキサデシルジエタノールアミン、N-オクタデシルジエタノールアミン、N-キシル油由来アルキルジエタノールアミン、N-大豆油由来アルキルジエタノールアミン、N-オレイルジエタノールアミン、N-（ β -アミノエチル）エタノールアミン、N-シクロヘキシルジエタノールアミン、N,N,N',N'-テトラキス（2-ヒドロキシエチル）エチレンジアミン、N,N,N',N'-テトラキス（2-ヒドロキシプロピル）エチレンジアミン等のアルカノールアミン等が挙げられる。

【0037】また、多価アルコール部分エステルとしては、例えば、グリセリン（モノ又はジ）ラウレート、グリセリン（モノ又はジ）ミリステート、グリセリン（モノ又はジ）ステアレート、グリセリン（モノ又はジ）オレート等のグリセリン部分エステル；ジグリセリン（モノ、ジ又はトリ）ステアレート、ジグリセリン（モノ、ジ又はトリ）オレート等のジグリセリン部分エステル；ソルビタン（モノ、ジ又はトリ）ラウレート、ソルビタン（モノ、ジ又はトリ）ミリステート、ソルビタン（モノ、ジ又はトリ）パルミテート、ソルビタン（モノ、ジ又はトリ）

ステアレート、ソルビタン（モノ、ジ又はトリ）オレート等のソルビタン部分エステル等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤又は油性剤として作用するものもある。

【0038】また、カルボン酸アミドとしては、例えば、アルケニルコハク酸アミド、ラウリン酸モノエタノールアミド、ラウリン酸ジエタノールアミド、ミリスチン酸モノエタノールアミド、ミリスチン酸ジエタノールアミド、パルミチン酸モノエタノールアミド、パルミチン酸ジエタノールアミド、ステアリン酸モノエタノールアミド、ステアリン酸ジエタノールアミド等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤、油性剤として作用するものもある。

【0039】こうした防錆剤のなかでも、カルボン酸塩が好ましく、特に脂肪族二塩基酸塩が好ましい。また、カルボン酸塩のカルボン酸と塩を形成する塩基成分としては、アルカノールアミンが好ましい。（D）成分である防錆剤の含量は、ラップ液全量に対して0.5〜3.0質量%であることが好ましい。（D）成分の含量が0.5質量%に満たない場合は、防錆効果が十分でない場合があり、3.0質量%を超える場合は、相対的に（A）成分や（B）成分の含量が減少するので加工精度が低下する場合がある。

【0040】本発明の水系ラップ液においては、必要に応じて、増粘剤、乳化剤、消泡剤、溶剤、防腐剤、金属不活性化剤等を添加することができる。また、これらは本発明の水系ラップ液に砥粒を分散させてラップ剤とする段階で添加してもよい。増粘剤としては、例えば、キタンサンガム、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸、ポリアクリルアミド、ポリビロリン、ポリエチレンオキシド、水溶性ウレタン化合物等が挙げられる。

【0041】乳化剤としては、例えば、長鎖アルコールエトキシレート、長鎖アルコールエトキシレート硫酸エステル塩、長鎖アルコール硫酸エステル塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩等が挙げられる。消泡剤としては、例えば、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、シリコーン油、フルオロシリコーン油等が挙げられる。

【0042】溶剤としては、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、グリセリン、メチルセロソルブ、ブチルセロソルブ、メチルカルビトール、ブチルカルビトール、プロピレングリコールメチルエーテル、ジプロピレングリコールメチルエーテル、トリプロピレングリコールメチルエーテル、ジプロピレングリコール等が挙げられる。

【0043】防錆剤としては、例えば、2-メチル-4-イソチアゾリン-3-オン、5-クロル-2-メチル-4-イソチアゾリン-3-オン、ベンズ-4-イソチアゾリン-3-オン、2-オクチル-4-イソチアゾリン-3-オン、デヒドロ酢酸、ポリジ-2-チオール-1-オキシド塩、N, N', N' - トリス (2-ヒドロキシエチル) ヘキサヒドロ-S-トリアジン、2, 2-ジブロム-2-ニトロトリエノール、パラクロルメタクレノール、2-ブロム-2-ニトロ-1, 3-エポキシジオール、パラオキシ安息香酸エステル、塩化ベンザルコニウム、1, 2-ジブロム-2, 4-ジシアノブタン等が挙げられる。金属不活性化剤としては、例えば、メルカプトベンゾチアゾール、ベンゾトリアゾール、トリルトリアゾール、ベンズイミダゾール等が挙げられる。

【0044】本発明の水系ラップ液は、水で希釈した後、砥粒を添加・分散させたラップ剤として、切断加工、研磨加工等に使用される。水による希釈率は、加工方法、加工条件、被加工物の種類、被加工物の形状等によって異なるが、5~150質量倍であることが好ましく、10~100質量倍が更に好ましい。希釈する倍率が、150質量倍を超える場合は、砥粒の分散安定性が低下することがあるためである。

【0045】本発明の水系ラップ液に添加・分散させる砥粒 (ラッピング用研磨剤) は、通常用いられているものであればよい。例えば、アルミナ、シリカ、酸化チタン、酸化鉄、エメリー、酸化クロム、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、窒化ホウ素、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭化タングステン、炭化チタン、炭化ジルコニウム、炭化チタン、ダイヤモンド等が挙げられる。通常、粒径は、3~16 μ m程度である。

【0046】本発明の水系ラップ液に添加する砥粒の量は、砥粒添加後の水系ラップ剤中の砥粒含有量が、水系ラップ剤全量に対して10~60質量%であることが好ましい。砥粒の添加量が10質量%未満では、加工効率が悪くなることがあり、60質量%を超えると、水系ラップ剤の粘度が上昇し作業性が悪化すると共に砥粒の分散安定性が悪くなることがあるためである。

【0047】本発明の水系ラップ液又は水系ラップ剤は、従来、ラップ剤が用いられてきた加工分野、即ち、半導体、水晶、超硬工具、金属部品、ガラス、セラミックス等の脆性材料の切断加工の分野、又は、研磨加工の分野で使用することができる。切断加工の分野においては、外周刃による切断法、内周刃による切断法、ワイヤソーによる切断法、ブレードソーによる切断法等の様々な切断方法に使用できる。また、研磨加工においては、被加工物の形状は、ウェーハのような平面のものだけでなく、レンズのような曲面のものや、ギヤや歯車のような複雑な形状をもつものの加工にも使用でき、表面の超精密な仕上げ加工であるいわゆるポリッシング加工

にも使用できる。

【0048】特に、半導体ウェーハの研磨加工においては、研磨加工後のウェーハの清浄性が求められることから、(B)成分として前記一般式(2)で表わされるポリエーテル化合物が好ましく、なかでも前記一般式(3)~(6)で表わされるポリエーテル化合物が更に好ましい。こうした半導体ウェーハとしては、例えば、シリコン、ガリウムヒ素、ガリウムリン、インジウムリン等からなるウェーハが挙げられる。

【0049】

【実施例】以下、実施例により本発明を更に具体的に説明する。尚、以下の実施例中、%は特に記載が無い限り質量基準である。以下の表中、「EO」はオキシエチレン基の、「PO」はオキシプロピレン基の略である。以下に示す化合物を用いて、表1に示す配合比にて実施例1~11及び比較例1~8の水系ラップ液を調製した。

【0050】<A成分：砥粒分散剤>

(A-1) ポリオキシエチレン (4) イソトリデシルエーテル

(A-2) ポリオキシエチレン (8) イソトリデシルエーテル

(A-3) ポリオキシエチレン (30) イソトリデシルエーテル

(A-4) ポリオキシエチレン (10) ポリオキシプロピレン (3) イソトリデシルエーテル (ブロック重合)

(A-5) ポリオキシエチレン (10) ポリオキシプロピレン (3) イソトリデシルエーテル (ランダム重合)

(A-6) ポリオキシエチレン (10) イソテトラデシルエーテル

【0051】尚、A-1~A-3の原料であるイソトリデシルアルコールは、プロピレンのテトラマーからオキソ法によって合成されたアルコールである。A-4及びA-5の原料であるイソトリデシルアルコールは、イソブテンのトリマーからオキソ法によって合成されたアルコールである。A-6は、プロピレンのダイマーからオキソ法によって合成されたイソヘプタノールを、Guerbet反応によって2量化して合成されたアルコールである。

【0052】<比較のための砥粒分散剤>

(A'-1) ポリオキシエチレン (8) ノニルフェニルエーテル

(A'-2) ポリオキシエチレン (7) C12~C14飽和合成2級アルキルエーテル

(A'-3) ポリオキシエチレン (8) C12~C14直鎖オキソアルキルエーテル

(A'-4) ポリオキシエチレン (8) ラウリルエーテル

(A'-5) ポリオキシエチレン (8) オレイルエーテル

ル

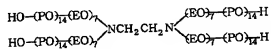
【0053】<B成分：潤滑性基油>

(B-1) HO-(EO)₁₂(PO)₃₀(EO)₁₂-H

(B-2) HO-(EO)₃(PO)₄₀(EO)₃-H

(B-3) HO-(PO)₂₀(EO)₂₀(PO)₂₀-H

(B-4)



(B-5) HO-(EO)₇₅-H

(B-6) グリセリンのポリオキシエチレン/ポリオキ

シプロピレンランダム共重合体 (EO含量55モル%、

数平均分子量2,500)

(B-7) パラフィン系蒸留精製鉱油 (40℃での動粘度1.7mm²/s、沸点220~250℃)

(B-8) パラフィン系溶剤精製鉱油 (40℃での動粘度3.2mm²/s)

(B-9) ビス(ドデシル)ベンゼン

【0054】<C成分：水>イオン交換水

<D成分：防錆剤>

(D-1) オレイン酸トリエタノールアミン塩

(D-2) ドデカン二酸N-シクロヘキシルジエタノールアミン塩

<その他の成分>プロピレングリコール (溶剤)

【0055】

表1

	(A)	(B)	(C) 水	(D)	溶剤
実施例	1 A-1 (30)	B-1 (15) B-2 (5)	(33)	D-1 (12)	(5)
	2 A-2 (25)	B-2 (30)	(28)	D-2 (12)	(5)
	3 A-3 (20)	B-3 (20)	(43)	D-1 (12)	(5)
	4 A-4 (10)	B-2 (5) B-3 (20)	(48)	D-2 (12)	(5)
	5 A-5 (25)	B-4 (20)	(38)	D-1 (12)	(5)
	6 A-6 (20)	B-4 (25)	(38)	D-2 (12)	(5)
	7 A-1 (30)	B-5 (20)	(33)	D-1 (12)	(5)
	8 A-1 (30)	B-6 (20)	(33)	D-2 (12)	(5)
	9 A-1 (20) A-3 (10)	B-7 (30)	(23)	D-1 (12)	(5)
	10 A-1 (20) A-3 (10)	B-8 (20)	(33)	D-2 (12)	(5)
	11 A-1 (20) A-3 (10)	B-9 (20)	(33)	D-2 (12)	(5)
比較例	1 A'-1 (25)	B-2 (30)	(28)	D-2 (12)	(5)
	2 A'-2 (25)	B-2 (30)	(28)	D-2 (12)	(5)
	3 A'-3 (25)	B-2 (30)	(28)	D-2 (12)	(5)
	4 A'-4 (25)	B-2 (30)	(28)	D-2 (12)	(5)
	5 A'-5 (25)	B-2 (30)	(28)	D-2 (12)	(5)
	6 A'-1 (30)	B-7 (30)	(23)	D-1 (12)	(5)
	7 A'-2 (30)	B-7 (30)	(23)	D-1 (12)	(5)
	8 A'-3 (30)	B-7 (30)	(23)	D-1 (12)	(5)

*：表中の（ ）内の数字は配合した量（%）である。

【0056】<砥粒分散性評価試験>上記表1に示すラップ液をイオン交換水にて50質量倍に希釈した液100mlを、共栓付き100mlメスシリンダーに取り、アルミナ砥粒（フジミインコーポレーテッド F O #1 200）を20g加えた。この共栓付きメスシリンダーを100回、上下に振盪して上記ラップ液に配合された

アルミナ砥粒を含む成分を分散、懸濁させてラップ剤とした。その後、メスシリンダーを静置し、沈降固相が最高高さに達するまでの時間により、砥粒分散性を評価した。尚、砥粒分散性の評価判定は、以下の基準に行なった。

◎：静置後60分以上でも完全に沈降せず。

○：静置後41～60分で沈降した。

△：静置後21～40分で沈降した。

×：静置後20分以内で沈降した。

【0057】＜砥粒再分散性評価試験＞上記の砥粒分散性評価試験後のメスシリンダーを、更に24時間静置した。この後、メスシリンダーを10回上下に倒置させ砥粒の再分散性を評価した。尚、砥粒再分散性の評価判定は以下の基準にて行った。

○：砥粒が完全に再分散する。

△：一部沈殿が残る。

×：ほとんど分散しない。

【0058】

表2

	砥粒分散性	砥粒再分散性
実 例	1	○
	2	○
	3	○
	4	○
	5	○
	6	△
	7	○
	8	○
	9	○
	10	○
	11	○
比 較 例	1	○
	2	×
	3	×
	4	×
	5	×
	6	○
	7	×
	8	×

【0059】上記表2の結果から明らかなように、本発明の水系ラップ剤は、砥粒分散性及び砥粒再分散性において、ノニルフェニルエトキシレート系の砥粒分散剤を用いたラップ剤（比較例1及び比較例6）と同程度であり、他の砥粒分散剤を用いたラップ剤（比較例2～5、7及び8）よりも優れた性能を示している。

【0060】＜切断加工試験＞上記の砥粒分散性評価試験及び砥粒再分散性評価試験と同様の組成のラップ剤を使用し、マルチワイヤソーにて人工水晶（幅65mm、高さ20mm、長さ170mm）及びシリコン単結晶（直径102mm、長さ190mm）を以下の条件で切断（スライシング）した。結果を表3に示す。尚、評価項目の加工時間は、被加工物1個当たりの加工に要した時間である。

- ・ワイヤの種類：SWPプラスメッキ
- ・ワイヤ線径：0.16φmm
- ・ワイヤ張力：1.5kg
- ・ワイヤ本数：106本
- ・ワイヤ線出力：20m/min
- ・ラップ剤温度：20℃

【0061】

表 3

		人工水品		シリコン単結晶	
		加工時間 (分)	平均加工速度 ($\mu\text{m}/\text{分}$)	加工時間 (分)	平均加工速度 ($\mu\text{m}/\text{分}$)
実施例	1	112	179	126	190
	2	105	190	108	220
	3	108	185	110	216
	4	125	160	133	179
	5	133	150	128	186
	6	135	148	121	196
	7	111	180	115	207
	8	119	168	117	203
	9	121	165	120	198
	10	115	174	131	181
	11	110	182	122	185
比較例	1	104	192	105	226
	2	151	132	240	99
	3	220	91	233	102
	4	237	84	251	95
	5	196	102	226	105
	6	102	196	115	207
	7	142	141	218	109
	8	178	112	262	91

【0062】＜研磨加工試験＞実施例1～8及び比較例1～5のラップ剤を使用して、シリコンウェハ用ラッピング装置にてスライシングした、直径102mmのシリコンウェハについて研磨加工（ラッピング）を行なった。尚、各ラップ剤についてそれぞれ約200枚の研磨加工を行ない、研磨後のシリコンウェハについて、擦り傷、割れ、及びウェハ表面の微小なクラックの発生率を求めた。結果を表4に示す。

【0063】

表 4

		不良品発生率(%)		
		擦り傷	割れ	微小表面クラック
実施例	1	0.0	0.0	0.0
	2	0.5	0.0	0.0
	3	0.5	0.0	0.0
	4	1.0	0.0	0.0
	5	1.0	0.0	0.0
	6	0.5	0.0	0.0
	7	0.5	0.0	0.0
	8	0.5	0.0	0.0
比較例	1	1.0	1.0	2.0
	2	5.0	3.0	7.0
	3	8.5	5.5	9.5
	4	3.5	3.5	4.0
	5	8.0	4.5	10.0

【0064】＜生分解性試験＞JIS-K-0102に

定められた工業排水試験方法の生物化学的酸素消費量 (BOD) 測定法に準じて、(A) 成分である砥粒分散剤 0.1% 水溶液の BOD を測定した。但し、JIS-K-0102 に定められた放置日数は 5 日間であるが、本試験では放置日数は 14 日間とした。結果を表 5 に示す。

【0065】

表 5

砥粒分散剤	14 日後の BOD (mgO/L)
A-2	630
A-6	720
A'-1	8
A'-2	770
A'-5	890

【0066】

【発明の効果】本発明の水系ラップ液又は水系ラップ剤は、アルキルフェノール系の化合物を使用していないため、化学物質が生物の内分泌系を攪乱するというエンドクリン問題の懸念がないにも関わらず、アルキルフェノール系の砥粒分散剤を用いたラップ液又はラップ剤と同等の、優れた砥粒分散性、切磨加工性及び研磨加工性を有する。

フロントページの続き

(51)Int. Cl. ⁷

識別記号

F I

テマコード (参考)

C O 8 K 5/00
C O 8 L 71/00
C I O M 101/02
129/16
133/14
145/26
149/14
173/00
H O 1 L 21/304
// C I O N 20:04
30:04
30:12
40:00
40:22

6 2 2

Z A B

C O 8 K 5/00
C O 8 L 71/00
C I O M 101/02
129/16
133/14
145/26
149/14
173/00
H O 1 L 21/304
C I O N 20:04
30:04
30:12
40:00
40:22

Y

6 2 2 C

Z

Z A B

F ターム (参考) 3C047 G20

3C058 AA07 AC04 CA05 CA06
4H104 AA01C BB14C BB44C BE04C
BG06C BH03C BH11C CB14C
CE19C DA02A EA03C EA08C
EB10 EB20 FA01 LA02 LA06
PA22 QA01 RA01
4J002 CH02W CH02X CH053 DH026
DJ006 DJ017 DK006 EG026
EG036 EH056 EN006 EP006
EV256 EW046 EW126 GH02
HA07